

⑫ 公開特許公報(A)

平1-108294

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)4月25日

C 09 K 11/08

A-7215-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 螢光体の製造方法

⑮ 特 願 昭62-264773

⑯ 出 願 昭62(1987)10月19日

⑰ 発 明 者 畠 田 潤 一 徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜化学工業株式会社
内⑱ 発 明 者 清 水 義 則 徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜化学工業株式会社
内

⑲ 出 願 人 日亜化学工業株式会社 徳島県阿南市上中町岡491番地100

明 細 書

1. 発明の名称

螢光体の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 螢光体原料をレーザービームで加熱して造粒することを特徴とする螢光体の製造方法。

(2) 上記加熱時の螢光体原料が雰囲気制御された気体中に分散状態で供給されることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の螢光体の製造方法。

(3) 上記螢光体原料を加熱した後、溶融した球状螢光体粒子を冷却して捕集する工程をさらに含んでなることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の螢光体の製造方法。

(4) 上記雰囲気が酸化、還元及び中性のいずれかであることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の螢光体の製造方法。

(5) 上記螢光体原料が、螢光体母体組成物及び付活剤を含んだ混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第4項のいずれか

1項に記載の螢光体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

この発明は、螢光体の製造方法に係り、特に加熱源としてレーザービームを用いて螢光体を造粒する螢光体の製造方法に関する。

[従来の技術及びその問題点]

一般に、螢光体は、数ミクロンの粒子からなっており、有機バインダー等を媒体とすることによって形成すべき筒子面等に螢光体粒子を付着させて利用されている。

一般には螢光体粒子は組成物を混合してこの混合物を数時間電気炉で焼成することによって得られている。電気炉で数時間要するので、焼成工程を改良するため、造粒技術を螢光体製造に応用することが考えられる。例えば、特公昭45-37296号公報及び特開昭52-37581号公報には、ノズルを使って螢光体原料を液体燃焼炎に噴出させて粒状粒子を作製することが開示されている。また、最近では、セラミックの造粒技術を

蛍光体製造に適用することが考えられ、例えば、特開昭62-201989号公報には、高周波プラズマを使って蛍光体原料を熔融することが提案されている。

しかしながら、従来のこれらの方法では、依然として工業的には実用的ではない。例えば、特公昭45-37296号公報及び特開昭52-37581号公報では、加熱源が液体燃焼炎であるため、蛍光体原料を酸化することが容易であるけれども、蛍光体原料を還元或は分解する反応には不適である。また、特開昭62-201989号公報に示されるような高周波プラズマを使用して蛍光体原料を熔融する場合、反応時の雰囲気は酸化、還元或は中性に保持制御することは容易であるが、使用加熱源が高周波プラズマであるので、高電圧を使用しなければならず、実用的でないという問題があった。

従って、この発明の目的は、反応時の雰囲気を容易に制御できて工業的に容易であって、しかも均一な粒径で均一な球形形状の蛍光体を得ること

のできる新規な蛍光体の製造方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者は、従来よりセラミックの造粒技術に着目して、蛍光体粒子の製造にレーザービームを加熱源として適用して新規な蛍光体の製造方法を見出した。

即ち、この発明の目的は、蛍光体原料をレーザービームで加熱して造粒することにより、解決される。

レーザービームは高エネルギー密度が得やすく制御しやすいので、例えば、高周波プラズマに比較して蛍光体の加熱源として経済的に最適であると共に、反応時の雰囲気制御、蛍光体原料の供給量の制御、反応温度の制御が容易である。

〔実施例〕

以下、この発明の実施例について説明する。

まず、実施例に先だって本発明に使用した装置について第1図を参照しながら説明する。

レーザービーム発生装置1としては、セラミッ

クの造粒のための炭酸ガスレーザー発生器を用いた。レーザービーム発生装置1の下方には集光レンズ2が配置され、この集光レンズ2は収納器内のレンズ保護ガス空間3を規定している。レンズ保護空間3には、レーザービーム照射時に飛散する高温粒子から集光レンズ2を保護する為にレンズ保護ガス4が注入される。また、収容器の下部にはノズル部5が形成されている。ノズル部5はキャリアガス送管6の一端に連結されており、このキャリアガス送管6の他端は原料供給装置の原料供給ホッパー7と連結されていると共に、キャリアガス8の供給源に連結されている。ノズル部5の下方には冷却チャンバ9が設けられており、この冷却チャンバ9の外周壁には冷却水が矢印10から矢印11に示されるように循環している。冷却チャンバ9の一方にはフィルタ12が設けられており、このフィルタ12は排気装置12に連結されている。

運転時、レーザービーム発生装置1から出たレーザービームは集光レンズ2によってノズル部5

付近に集まる。一方、原料供給ホッパー7からキャリアガス8で搬送されてきた蛍光体原料はノズル部5から噴霧される。噴霧された融解粉体は冷却チャンバ9で冷却された後、フィルタ12及び排気装置13を介して捕集される。

このレーザ溶融造粒装置によれば、キャリアガス8及びレンズ保護ガス4の種類とガス圧とを設定することにより、蛍光体の製造にとって極めて広範囲に還元雰囲気から中性雰囲気さらに酸化雰囲気で任意に設定することができ、また、レーザー発生装置1を設定することにより、粉体の熔融温度を広範囲に設定できる。

また、このレーザ溶融造粒装置によれば、蛍光体原料は、付活剤を含んだ原料であってもよく、また、蛍光体原料の製造方法が、単なる原料の均一な混合物であっても或は共沈物であってもよい。

さらに、このレーザ溶融造粒装置によれば、冷却チャンバ9内の雰囲気を変えることができる。即ち、還元雰囲気から中性雰囲気さらに酸化雰囲気と任意に設定した状態で蛍光体粒子を冷却する

ことができる。

次に、このレーザ溶融造粒装置を用いた実施例について述べる。

(実施例1)

酸化イットリウム1モルと酸化ユーロピウム0.05モルを混合し、800℃に仮焼きした原料を乾式粉碎をして200メッシュのフルイを通し、原料供給ホッパー7に充填し、キャリアーガス8に清浄空気を3Kg/cm²の圧力で10リットル/分の流量で混合し、ノズルに100g/分で供給し、出力3.5kwのレーザービームを照射した後、酸素雰囲気中の冷却チャンバーで冷却し捕集した。レンズ保護ガス4にはアルゴン3Kg/cm²の圧力で2リットル/分を供給した。

得られたY2O3:Eu蛍光体は、真円率が1.0に近いほぼ真球の粒子であることが走査型顕微鏡で確認された。この電子顕微鏡写真を第2図に示す。又、従来の製造法で製造された蛍光体に比べ、同等の発光輝度を有した。

(実施例2)

加え、シュウ酸、ランタン、タリビニウムの共沈物を生成し、分離、水洗、乾燥した粉末を原料供給ホッパー7に充填し、キャリアーガス8として塩素ガス3Kg/cm²の圧力で3リットル/分の流量で混合し、ノズル内に50g/分で供給し、出力1.0kwのレーザービームを照射した後、COガス、塩素ガス雰囲気中の冷却チャンバー内で冷却し捕集した。

レンズ保護ガス4にはCOガスを3Kg/cm²の圧力で5リットル/分で供給した。得られたLaOC1: Tb蛍光体は、実施例1、2と同様に球状粒子であった。

[発明の効果]

以上説明したように、この発明の方法によれば、反応時の雰囲気容易に制御できて工業的に容易であって、しかも均一な粒径で均一な球形形状の蛍光体を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の方法を実施するためのレーザ溶融造粒装置を示す概略図、第2図は、本発明

リン酸アンモニウム1モル水溶液を攪拌しながら塩化ランタン、セリウム、テルビウムの混合1モル水溶液を滴下し、共沈物を生成し、分離・水洗・乾燥した後、乾式200メッシュのフルイを通し、原料供給ホッパー7に充填し、キャリアーガス8にCOを3Kg/cm²の圧力で15リットル/分の流量で混合し、ノズル内に153g/分で供給し、出力4.5kwのレーザービームを照射した後、COガス雰囲気中の冷却チャンバーで冷却し捕集した。

レンズ保護ガス4にはアルゴンガスを3Kg/cm²の圧力で2.8リットル/分を供給した。得られたLaPO4: Ce, Tb蛍光体は、平均粒径7μmで実施例1と同様の球状粒子が確認された。又、蛍光体分光光度計による測定により、従来法で製造された蛍光体と同等の緑色発光の輝度を示した。

(実施例3)

塩化ランタン1モル溶液と塩化テルビウム0.15モル溶液を混合攪拌しながらシュウ酸溶液を

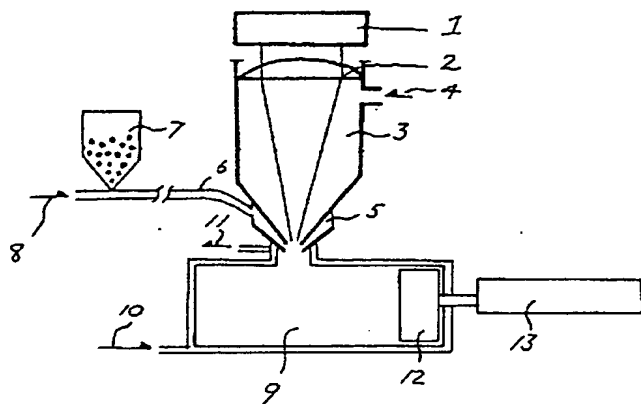
の方法により得られたY2O3:Eu蛍光体粒子の粒状構造を示す電子顕微鏡写真図である。

1・・・レーザ発生装置、2・・・集光レンズ、4・・・レンズ保護ガス、5・・・ノズル部、7・・・原料供給ホッパー、8・・・キャリアーガス、9・・・冷却チャンバ。

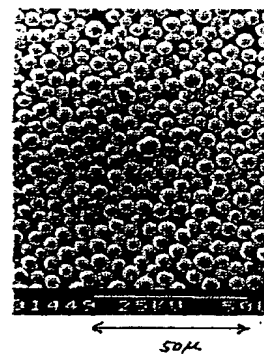
特許出願人 日亜化学工業株式会社

図面の浄化(内容に変更なし)

第1図



第2図



手続補正書(方式)

昭和63年1月30日

7. 補正の内容

願書に最初に添付した図面の洗浄・別紙のとおり(内容に変更なし)

特許庁長官 小川邦夫 殿

1. 事件の表示

昭和62年 特許願 第264773号

2. 発明の名称

蛍光体の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 徳島県阿南市上中町491番地100

氏名 日亜化学工業株式会社

代表者 小川 信雄

4. 補正命令の日付

昭和63年1月26日発送

5. 補正により増加する発明の数

なし

6. 補正の対象

図面(第1図及び第2図)